## 19 BUNDESREPUBLIK

# Offenlegungsschrift

(5) Int. Cl. 3: G 01 N 35/00





**DEUTSCHLAND** 

DEUTSCHES PATENTAMT ② Aktenzeichen:

② Anmeldetag:

Offenlegungstag:

P 32 44 881.3

3. 12. 82

16. 6.83

30 Unionspriorität: 32 33 31

04.12.81 DK 5368-81

(7) Anmolder:

Radiometer A/S, 2400 Koebenhavn, DK

Wertreter.

Grünecker, A., Dipl.-Ing.; Kinkeldey, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Stockmair, W., Dipl.-Ing. Dr.-Ing. Ae.E. Cal Tech; Schumann, K., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat.; Jakob, P., Dipl.-Ing.; Bezold, G., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Meister, W., Dipl.-Ing.; Hilgers; H., Dipl.-Ing.; Meyer-Plath, H., Dipl.-Ing. Dr.-Ing., Pat.-Anw., 8000 München

② Erfinder:

Aas, Flemming, 2860 Soborg, DK; Andersen, Willy Lindegaard, 3060 Espergaerde, DK



#### S Verfahren und System zum Analysieren einer Vielzahl von Flüssigkeitsproben

Ein System zum Analysieren von Flüssigkeitsproben bezüglich wenigstens einer ihrer Komponenten umfaßt eine Vielzahl von Probenbehältern zur Aufnahme der Flüssigkeitsproben, ein Probenentnahmeglied zum Übertragen von Proben aus den Behältern zu einer Analysiereinrichtung, wie z.B. ein Analysiergerät für Flüssigkeiten, und eine Einrichtung zum aufeinanderfolgenden Bewegen des Probenentnahmegliedes von einem Probenbehälter zu einem anderen. Jeder Probenbehälter weist einen Entnahmedurchlaß auf, welcher eine unterhalb des Flüssigkeitspegels der enthaltenen Probe angeordnete Einlaßöffnung und eine oberhalb des Flüssigkeitspegels angeordnete und von einer Berührungsfläche umschlossene Auslaßöffnung aufweist, wobei die Berührungsfläche trichterförmig sein kann. Das freie Ende oder die Spitze des Probenentnahmegliedes weist eine entsprechende Berührungsfläche auf, welche in abdichtenden Eingriff mit der Berührungsfläche eines jeden Probenbehälters gebracht werden kann, wodurch jedem Probenbehälter eine Probe durch das Probenentnahmeglied hindurch entnommen werden kann, ohne daß eine Berührung zwischen der Probe und den äußeren Oberflächenbereichen des Probenentnahmegliedes (3244881)

MAIN L INSPECTED

BUNDESDRUCKEREI BERLIN 04.83 308 024/535

#### GRÜNECKER, KINKELDEY, STOCKMAIR & PARTNER

1

PATENTANWÄLTE

A CHONI CROR, and well
DR SE KINKE LOLY and well
DR W. CHOCKMARK, and well
DR K. SCHERAMAN, and well
P. H. JAKOFI, and well
DR G. H. KOLD and come
W. MEISTER, and well
DR H. MEYER-PLATH, and well
DR H. MEYER-PLATH, and well

5

BOOD MUNCHEN 22 MAXIMI IANSTRASSE 43

PH 17 675-46/L

10

Radiometer A/S Emdrupvej 72, DK-2400 Copenhagen, Dänemark

15

"Verfahren und System zum Analysieren einer Vielzahl von Flüssigkeitsproben"

20

# Patentansprüche

Verfahren zum Analysieren einer Vielzahl von Flüssigkeitsproben, welche aufeinanderfolgend durch eine in
einem Probenentnahmeglied enthaltene Öffnung zu einer
Stelle zum Analysieren einer jeden Probe hindurchgehen,
wobei jede der Flüssigkeitsproben in einem entsprechenden
Probenbehälter enthalten ist, dadurch gekennzeichnet, daß ein Probenbehälter verwandt wird,
der einen Entnahmedurchlaß mit einer unterhalb des Flüssigkeitspegels der Probe angeordneten Einlaßöffnung und
einer oberhalb des Flüssigkeitspegels angeordneten und
von einer ersten Berührungsfläche umschlossenen Auslaßöffnung aufweist, daß

BAD ORIGINAL

BNSDCCID: <DF 3244881A1 1 >

5

aufeinanderfolgend eine zweite Berührungsfläche, welche an einem freien Ende des Probenentnahmegliedes angeordnet ist und das anschließende Ende der in ihm vorgesehenen Öffnung umgibt, in abdichtenden Eingriff mit der ersten Berührungsfläche der Probenbehälter gebracht wird und daß wenigstens ein Teil der Probe einem jeden Behälter entnommen und durch den Entnahmedurchlaß des Behälters und die öffnung des Probenentnahmegliedes hindurch zu 10 der Analysierstelle gebracht wird.

2. System zum Durchführen des Verfahrens nach Anspruch 1, mit einer Flüssigkeitanalysiereinrichtung, einer Vielzahl von Probenbehältern zur Aufnahme der Flüssigkeitsproben, einem Probenentnahmeglied, welches eine Öffnung 15 zum Überführen von Proben von den Probenbehältern zu der Analysiereinrichtung aufweist, und einer Einrichtung zum Bewegen des Probenentnahmegliedes und der Probenbehälter in bezug aufeinander, dadurch gekennzeichnet, 20 daß jeder Probenbehälter (12) einen Entnahmedurchlaß (34) mit einer unterhalb des Flüssigkeitspegels der Probe in dem Behälter positionierten Einlaßöffnung und einer oberhalb des Flüssigkeitspegels positionierten und von einer ersten Berührungsfläche (3,25) umgebenen Auslaß-25 öffnung aufweist und daß das Probenentnahmeglied (30) eine zweite Berührungsfläche (32) aufweist, welche das offene Ende der Öffnung (33) umgibt, wobei die Bewegungsmittel (52,55) geeignet sind, das Probenentnahmeglied so zu bewegen, daß aufeinanderfolgend seine zweite Be-30 rührungsfläche in abdichtenden Eingriff mit der ersten Berührungsflächen der Probenbehälter steht. während Probenflüssigkeit von dem entsprechenden Behälter in die Öffnung des Probenentnahmegliedes überführt wird.

- 3. System nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Probenentnahmeglied eine Spitze aufweist, an der die zweite Berührungsfläche ausgebildet ist, wobei die Spitze mit einem Querschnittsbereich ausgebildet ist, welcher in Richtung zu ihrer Berührungsfläche abnimmt.
  - 4. System nach Anspruch 3, dadurch gekennzeich net, daß die Spitze des Probenentnahmegliedes eine kegelstumpfförmige Form aufweist.
  - 5. System nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Öffnungswinkel des Kegels ungefähr 60° beträgt.
- 6. System nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Berührungsfläche eines jeden Probenbehälters verglichen mit den anschließenden oberen, Oberflächenbereichen des Probenbehälters zurückgenommen ist.
- 7. System nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß jede der ersten Berührungsflächen Teil einer
  trichterförmigen Fläche bildet, vorzugsweise einer kegelstumpfförmigen Fläche, welche in einer oberen Fläche des
  Behälters festgelegt ist.
  - 8. System nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Öffnungswinkel des Kegels ungefähr 80° beträgt.
- 9. System nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Berührungsfläche an dem Probenentnahmeglied eine ringförmige Kante festlegt.
- 35 10. System nach irgendeinem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß durch die Bewegungsmittel die erste und die zweite Berührungsfläche



- 1 aneinander drückbar sind, vorzugsweise durch eine Kraft in der Größenordnung von 3 N.
- 11. System nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich-5 net, daß jeder Probenbehälter einen Behälterteil und 6 ein getrenntes Überdeckungsteil (1) umfaßt.
- 12. Probenbehälter zur Verwendung in einem System nach Anspruch 2, dadurch gekennzeich net, daß der Behälter eine Bodenwand aufweist und einen Entnahmedurchlaß festlegt, welcher eine Einlaßöffnung nahe der inneren Oberfläche der Bodenwand und eine Auslaßöffnung am oberen Teil des Behälters aufweist, wobei eine ringförmige Berührungsfläche die Auslaßöffnung des Entnahmedurchlasses umgibt und nahe der Auslaßöffnung festgelegt ist.
- 13. Probenbehälter nach Anspruch 12, dadurch gekenn-zeich chnet, daß der Probenbehälter ein Körperteil
  20 und ein Überdeckungsteil aufweist, welches entfernbar an dem Körperteil des Behälters befestigbar ist.
- 14. Probenbehälter nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der Probenbehälter einen Körperteil
  und ein einstückig mit diesem ausgebildetes Überdeckungsteil außweist.
- 15. Probenbehälter nach Anspruch 13, dadurch gekennzeiehnet, daß das überdeckungsteil eine sich von
  dessen innerer Oberfläche nach unten erstreckende Eintauchröhre aufweist, wobei die öffnung der Eintauchröhre
  den Entnahmedurchlaß festlegt.
- 16. Probenbehälter nach Anspruch 15, dadurch gekenn-35 zeichnet, daß das Überdeckungsteil einen Führungs-

oberflächenteil festlegt, welcher um die Auslaßöffnung des Entnahmedurchlasses zum Zusammenwirken mit einem entsprechenden Oberflächenteil an dem Probenentnahmeglied des Analysiersystems angeordnet ist.

5

17. Probenbehälter nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Führungsfläche trichterförmig ist.

18. Probenbehälter nach Anspruch 17, dadurch gekenn-10 zeichnet, daß die Führungsfläche kegelstumpf-förmig ist.

15

20

25

30

35

"Verfahren und System zum Analysieren einer Vielzahl von Flüssigkeitsproben"

5

#### Beschreibung

- Die Erfindung betrifft ein Verfahren und ein System zum Analysieren einer Vielzahl von Flüssigkeitsproben, von denen eine jede in einem besonderen einer entsprechenden Anzahl von Probenbehältern oder Probenbechern enthalten ist, von welchen die Proben nacheinander mittels eines
- Probenentnahmegliedes entnommen und einer Analysiereinrichtung, wie z.B. einem Analysiergerät, zugeführt werden, um eine oder mehrere Komponenten einer jeden Probe zu bestimmen.
- 20 Solche Systeme zum Analysieren von Flüssigkeitsproben, bei denen die Proben durch Probenmittel aus einer Vielzahl von Probenbechern herausgesogen werden, sind seit Jahren bekannt.
- 25 Bei den bekannten Systemen wird eine Saugsonde in die Probe eingetaucht, welche in einem der Probenbecher enthalten ist, und wenn eine erwünschte Probenmenge in die Saugsonde eingesaugt worden ist, wird die Sonde entfernt und in eine Probe eingetaucht, welche in dem nächsten
- 30 Probenbecher enthalten ist.usw.

Die Patentliteratur, welche sich auf solche Systeme bezicht ist verständlich und ein großer Teil der bisherigen
Patente behandelt die Schwierigkeit, die Saugsonden zwi35-sehen-aufeinanderfolgenden Proben- Überführungsvorgängen

l zu spülen. Es ist offensichtlich, daß an der äußeren Sondenfläche anhaftende Reste einer Probe zu einer bedenklichen Veruhreinigung der folgenden Probe führen können, es sei denn, solche Reste sind vor dem Eintauchen in die fol-

5 gende Probe entfernt worden oder sie werden auf andere Weise kompensiert.

Zu den Patenten, die sich mit diesen Schwierigkeiten auseinandersetzen, gehören die US-PSen 3,960,020, 4,000,973, und 4,121,466, sowie die DE-ASen 25 38 451 und 30 33 680.

Andere Patente, die sich auf die Probenbecher und deren Ausgestaltung beziehen, sind die US-PS 3,545,932 und die IS-PS 1,218,750. Jedoch betreffen diese Patente als Reaktionsbecher zu verwendende Probenbecher und enthalten keine Hinweise darüber, wie die Probe durch eine Sondeneinrichtung zu einem Analysiergerät entnommen werden kann.

- 20 Die vorhergehend genannten Patente, welche sich mit dem Problem beschäftigen, eine Verunreinigung zwischen Proben zu vermeiden, geben hierfür die folgenden Lösungen zu diesem Problem an:
- 25 Eintauchen der Sonde in einen Behälter mit einer Wasch-flüssigkeit (DE-PS 25 58 451).

Beschichtung der Außenfläche der Sonde mit einer dünnen Schicht einer Flüssigkeit, welche mit den einzusaugenden Flüssigkeiten nicht vermischbar ist (US-PS 4,121,466).

Vorsehen eines Mantels, welcher die Sondenspitze umgibt und mit Leitungen zum Zuführen von Waschflüssigkeit verbunden ist. Dadurch, daß die Waschflüssigkeit durch die Saugsonde abgezogen wird, werden sowohl deren Innen- als auch Außen-

flüche gespült (US-PS 3,960,020 und DE-AS 30 33 680).

Im Zusammenhang mit Sonden zum Einsaugen einer Probe und anschließendem Ausstoßen der Probe in ein Reagenz ist vorgeschlagen worden, die Sonde in das Reagenz während einer Zeitdauer einzutauchen, welche für das Reagenz ausreichend ist, um jegliche Reste einer am Äußeren der Sonde anhaftenden Probe aufzunchmen. Anschließend wird die zu analysierende Probe aus der Sonde in das Reagenz ausgestoßen und die sich ergebende Reaktion zwischen der Probe und dem Reagenz wird gemessen (US-PS 4,000,973 und US-PS 4,000,974).

Schließlich betrifft die Forschungsmitteilung 19 817 eine
Kappe für einen Probenbecher, welche das Verdunsten von
Fluid aus dem Becher begrenzt und auch das Ansaugen von
Fluid aus dem Becher ermöglicht. Die Kappe ist mit drei
Schlitzen in einer oberen Wand ausgebildet. Die drei Schlitze
schneiden sich an ein und demselben Punkt. Wenn die Sondenspitze die Wand an der Stelle des Schnittpunktes berührt,
trennen sich die Wandbereiche in sechs Segmente, so daß die
Sonde in Berührung mit der Probe in dem Probenbecher bewegt werden kann. Während des Herausziehens der Sonde aus
dem Probenbecher dienen die Segmente dazu, Probenfluid
vom Nußeren der Probenspitze abzuwischen.

Eine Zielsetzung der Erfindung besteht darin, ein verbessertes Verfahren und System von der vorhergehend beschriebenen Art zur Anlyse von Flüssigkeitsproben zu schaffen, wobei die bisher auftretende Ungenauigkeit, nämlich ob eine wirkungsvolle Reinigung der Sondenspitze erhalten worden ist, ausgeschlossen ist. Infolgedessen werden die bisher verwandten Verfahren im Zusammenhang mit dem Reinigen der Sondenspitze zum Entfernen von äußeren Probenresten von jener vollkommen ausgeschlossen.

30

1 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Analysteren einer Vielzahl von Flüssigkeitsproben, welche aufeinanderfolgend durch eine in einem Probenentnahmeglied begrenzte Bohrung zu einer Stelle zum Analysieren einer jeden Probe hindurchgehen, wobei jede der Flüssigkeitsproben in einem 5 einzelnen Probenbehälter enthalten ist, welcher einen . Entnahmedurchlass mit einer unterhalb des Flüssigkeitspegels der enthaltenen Probe angeordneten Einlaßöffnung und einer oberhalg derselben angeordneten und von einer 10 ersten Berührungsfläche umgebenen Auslaßöffnung aufweist, wobei das Verfahren umfaßt, daß aufeinanderfolgend eine zweite an dem freien Ende den Probenentnahmeglieden ausgebildete ist und das benachbarte Ende der darin vorgesehenen Öffnung umgebende Berührungsflächen in dichtendem 15 Eingriff mit den ersten Berührungsflächen der Probenbehälter gebracht wird, und daß wenigstens ein Teil der Probe in jedem Behälter entnommen und durch den Entnahmedurchlass des Behälters und die Öffnung des Probenentnahmegliedes zu der Analysierstelle hindurchgeführt 20 wird. Somit kann jede der Proben von ihrem jeweiligen Probenbehälter zu der Analysierstelle, wie z.B. zu einem Analysiergerät, übergeführt werden, ohne in Berührung mit der Außenfläche des Probenentnahmegliedes zu kommen.

Die Erfindung schafft ein System zum Durchführen des vorhergehend beschricbenen Verfahrens, wobei dieses System umfaßt:

eine Analysiereinrichtung für eine Flüssigkeit,
eine Vielzahl von Probenbehältern zur Aufnahme von Flüssigkeitsproben, wobei jeder einen Entnahmedurchlaß mit einer
unterhalb des Flüssigkeitspegels der enthaltenden Probe
angeordneten Einlaßöffnung und einer oberhalb des Flüssigkeitspegels und von einer ersten Berührungsfläche eingeschlossenen Auslaßöffnung aufweist,

ist, um Proben von den Probenbehältern zu der Analysiereinrichtung zu überführen, und welches eine zweite Berührungsfläche aufweist, die ein offenes Ende der Öffnung
umgibt, und
Mittel, um das Probenentnahmeglied in bezug zu den Probenbehältern so zu bewegen, daß die zweite Berührungsfläche
des Probenentnahmegliedes nacheinander mit den ersten Berührungsflächen der Probenbehälter in dichtenden Eingriff
bringbar ist, während Probenflüssigkeit von dem Behälter
in die Öffnung des Probenentnahmegliedes überführt wird.

Die den einzelnen Probenbehältern entnommenen Proben können dann aufeinanderfolgend zu einem Analysiergerät oder einer anderen Analysiereinrichtung gebracht werden.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform des Systems nach der Erfindung ist die erste Berührungsfläche eines jeden Probenbehälters verglichen zu anschließenden, oberen Ober20 flächenteilen des Probenbehälters zurückgezogen. Hierdurch wird die Gefahr einer seitlichen Verschiebung des Probenentnahmegliedes relativ zu dem Probenbehälter verringert.

flächen einen Teil einer trichterförmigen Oberfläche, vorzugsweise einer kegelstumpfförmigen Oberfläche bildet, welche in einer oberen Oberfläche des Behälters festgelegt ist. Ferner umfaßt bei einer bevorzugten Ausführungsform das Probenentnahmeglied eine Spitze, an der die zweite Berührungsfläche ausgebildet ist, wobei die Spitze einen Querschnittsbereich aufweist, der in Richtung zu ihrer Berührungsfläche abnimmt. Dadurch, daß das Probenglied mit einer solchen abgeschrägten Spitze ausgebildet wird und daß die Probenbehälter mit trichterförmigen Berührungsflächen verschen sind, wird der beabsichtigte Eingriff

BAD ORIGINAL

zwischen dem Probenentnahmeglied und den Berührungsflächen der Probenbehälter ohne weiteres erhalten und es ist nicht erforderlich, daß die Ähnlichkeit bezüglich der Abmessungen zwischen den Probenbehältern so genau ist, wie in dem Fall mit anderen Ausgestaltungen der Berührungsflächen.

Ein öffnungswinkel für die trichterförmigen, ersten Berührungsflächen von ungefähr 80° und ein öffnungswinkel
für die Spitze des Probenentnahmegliedes von ungefähr 60° haben
sich als im Zusammenhang mit dem System nach der Erfindung
geeignet erwiesen.

Offensichtlich soll der Öffnungswinkel der Spitze des Probenentnahmegliedes vorzugsweise nicht den Öffnungswinkel der trichterförmigen Berührungsfläche der Probenbehälter überschreiten, damit ein glatter Durchgang in dem Berührungsbereich sichergestellt ist.

Um eine zuverlässige Abdichtungsberührung zwischen den ersten und den zweiten Berührungsflächen, d.h. zwischen der Berührungsfläche der Probenbehälter und der Berührungsfläche der Probengliedspitze zu erzielen, wird bevorzugt, die zwei Flächen gegeneinander zu drücken. Im Falle einer vorgegebenen Druckkraft hängt der dadurch erzielte spezifische Berührungsdruck von dem Berührungsbereich ab und es wird bevorzugt, daß die zweite Berührungsfläche an dem Probenglied eine relativ scharfe, ringförmige Kante bzw. Rand festlegt. Eine Druckkraft in der Größenordnung von 3 N hat sich als geeignet herausgestellt.

Die Erfindung betrifft auch einen Probenbehälter zur Verwendung mit einem Analysiersystem, wie es vorhergehend beschrieben worden ist, wobei der Behälter eine Bodenwand umfaßt und einen Entnahmedurchlaß festlegt, der eine nahe

der inneren Oberfläche der Bodenwand angeordnete Einlaßöffnung und eine im oberen Teil des Behälters angeordnete Austaßöffnung aufweist, wöbei eine ringförmige Berührungsfläche die Auslaßöffnung des Durchlasses umgibt und anschließend an die Auslaßöffnung festgelegt ist. Die nahe der Auslaßöffnung definierte Berührungsringfläche kann dann mit einer entsprechenden Berührungsfläche zusammenwirken, welche an dem freien Ende des Probenentnahmegliedes des Analysiersystems ausgebildet ist, wie es vorhergehend beschrieben wurde. Der Probenbehälter ist vorzugsweise 10 von der Art, welcher einen Behälterkörperteil und einen Überdeckungsteil umfaßt, welcher als getrennter Teil ausgebildet sein kann, der entfernbar an dem Behälterkörperteil befestigt oder einstückig mit dem Behälterkörperteil ausgebildet ist. Ferner kann der Entnahmedurchlaß in der 15 Umfangswand des Behälterkörperteils ausgebildet sein; oder der Durchlaß kann durch die Öffnung eines Rohres gebildet sein, welches sich von der Bodenwand des Behälters nach oben und nach außerhalb durch eine Öffnung in dem Über-20 deckungsteil erstreckt. Ein solches Rohr kann entfernbar von einem Sockel aufgenommen werden, welcher an der Innenseite der Bodenwand des Behälters ausgebildet ist oder es kann einstückig mit der Bodenwand ausgebildet sein.

Der Erfindungsgegenstand kann im Zusammenhang mit allen Arten von automatisierter Analyse verwandt werden, bei der Flüssigkeitsproben analysiert werden, die von Probenbehältern entweder zu Leitungen eines Analysiergerätes oder zu einem anderen Probenbehältern zur Analyse in diesen überführt wird. Elektrochemische Analysesysteme und optische Analysesysteme sind Beispiele von Systemen, in denen ein hohes Maß an Automatisierung angestrebt wird und bei denen die Probenüberführung die Analysenergebnisse bedeutend stören kann.

- Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die Zeichnungen näher erläutert. Es zeigt:
- 5 Fig. 1 eine Schnittdarstellung eines Überdeckungsteils eines Probenbechers,
- Fig. 2 eine Unteransicht des Überdeckungsteils, wenn man es in durch die Pfeile II-II in Fig. 1 angezeigter Richtung ansieht,
  - Fig. 3 eine Teilschnittansicht längs der Linie III-III in Fig. 2,
- 15 Fig. 4 bis 8 andere der der Fig. 2 entsprechenden
  Schnittansichten anderer Ausführungsformen
  des Überdeckungsteils.
- Fig. 9 eine Schnittdarstellung eines Probenbechers nach der Erfindung,
  - Fig. 10 eine Schnittdarstellung eines Probenbechers mit integriertem Überdeckungsteil,
- 25 Fig. 11. eine Schnittdarstellung eines Probenbechers, welcher mit einem Überdeckungsteil und einer mit diesem zusammenwirkenden Probenröhre oder Sonde versehen ist,
- Fig. 12 eine Draufsicht auf eine Halteplatte zur Verwendung in einem System nach der Erfindung,
- Fig. 13 eine schematische Aufsicht auf ein System nach der Erfindung, und 35

Fig. 14 eine schematische Aufrißdarstellung eines Teils des Systems nach Fig. 13.

- Fig. 1 zeigt einen senkrechten Schnitt durch ein allge-5 mein mit 1 bezeichnetes Überdeckungsteil nach der Erfindung und zur Verwendung mit einem in Fig. 9 gezeigten Probenbecher. Das Überdeckungsteil weist eine obere Fläche 2 mit einem Berührungsbereich 3 auf.
- 10 Tauchrohr 4 erstreckt sich von dem Berührungsbereich 3 in den Behälterteil (dargestellt in Fig. 9) des zusammengesetzten Probenbechers. Ein wandförmiger Rand 5 ist längs der oberen Oberflächenkante vorgesehen. Der Rand dient dazu, den Überdeckungsteil 1 an dem Behälterteil des 15 Probenbechers (dieser ist nicht dargestellt) zu befestigen. Der Rand 5 ist mit Rippen 6 ausgebildet, um die Berührung mit der Wand des Behälterteils zu schaffen. Ferner sind Vorsprünge 7 an der unteren Oberfläche 8 des Überdeckungsteils 1 vorgeschen, um die Berührung mit der oberen 20 Kante der Seitenwand des Behälterteils hervorzurufen.

Fig. 2 zeigt eine Unteransicht des Überdeckungsteils, welches in Fig. 1 dargestellt ist, wobei eine Eintauchröhre 4, die Rippen 6 und die Vorsprünge 7 sowie die 25 Unterfläche 8 gezeigt sind.

Fig. 3 ist ein senkrechter Schnitt durch den Überdeckungsteil 1 längs der Linie III - III in Fig. 2 und zeigt die Rippen 6 und die Vorsprünge 7.

Die Fig. 4 bis 8 zeigen alle Schnittdarstellungen anderer Ausführungsformen des Überdeckungsteils 1 nach Fig. 1. In den Fig. 1 und 4 bis 8 bezeichnen die gleichen Bezugszeichen die gleichen Teile. Die in diesen Figuren dargestellten, unterschiedlichen-Ausführugnsformen unterscheiden

30

sich lediglich in bezug auf die Ausgestaltung des Berührungsbereiches 3.

Die in den Fig. 1 und 5 bis 7 gezeigten Ausführungsformen weisen alle Berührungsbereiche 3 auf, welche verglichen mit der oberen Oberfläche 2 eingezogen sind, während die Ausführungsform gemäß Fig. 2 einen ebenen Berührungsbereich 3 aufweist, welcher in der gleichen Ebene wie die obere Oberfläche 2 liegt und somit nicht von der oberen Oberfläche 2 unterschieden werden kann. Die eingezogenen Berührungsbereiche 3 sind die bevorzugten, da diese Berührungsbereiche die Gefahr einer seitlichen Verschiebung der Sondenspitze ausschließen, vorausgesetzt, daß eine geeignet geformte Sondenspitze verwandt wird.

Die trichterförmigen Berührungsbereiche gemäß den Fig. 1, 5 und 6 sind besonders geeignet, da mit solchen Berührungsbereichen eine stabile bzw. beständige Berührung mit einer geeignet geformten Probenspitze ("schlanker" als der Trichter) auf allen Höhen des Berührungsbereiches erhalten werden kann.

per Berührungsbereich 3, der in Fig. 7 gezeigt ist, sollte vorzugsweise zum Eingriff mit einem Probenzohr oder einer Sondenspitze 15 verwandt werden, die einen Berührungsrand mit einer Dicke aufweist, welcher der Weite des ebenen Teils 14 des Berührungsbereiches 3 entspricht. Der in Fig. 8 gezeigte Berührungsbereich steht von der oberen Oberfläche 2 hervor und ist zum Eingriff mit einer Sondenspitze 15 in der Art geeignet, daß die Sondenspitze den hervorstehenden Berührungsbereich umgibt, wie es in Fig. 8 dargestellt ist.

Fig. 9 zeigt einen senkrechten Schnitt durch einen Probenbecher nach der Erfindung mit einem Überdeckungsteil, wie es in Fig. 1 dargestellt ist. Der Probenbecher umfaßt

1/16.

ferner einen allgemein mit 12 bezeichneten Behälterteil.

Der Behälterteil ist zylindrisch symmetrisch und weist
eine Seitenwand 10 mit einem oberen Rand 9 auf, welcher
die Vorsprünge 7 an dem Überdeckungsteil 1 berührt. Die
Seitenwand 10 ist abgestuft, wie es bei 22 angegeben ist,
wobei der Rand 13 geeignet ist, den Probenbecher in einer
Halteplatte zurückzuhalten, wie es in Fig. 11 dargestellt
ist.

Fig. 10 zeigt einen senkrechten Schnitt durch einen allgemein mit 20 bezeichneten Probenbecher, welcher einen integrierten Überdeckungsteil und Behälterteil aufweist. Der Probenbecher besitzt Seitenwände 21 mit einem Rand 22 und einer oberen Wand 23, welche eine obere Oberfläche 24 mit einem trichterförmigen Berührungsbereich 25 zeigt. Eine Eintauchröhre 26 erstreckt sich in dem Probenbecher von dem Berührungsbereich nach innen. Ein Auslaßventil (dieses ist nicht dargestellt) ist in der oberen Wand 23 vorgesehen. Der Probenbecher kann über die Eintauch-röhre 26 gefüllt werden.

Fig. 11 zeigt einen senkrechten Schnitt durch den Probenbecher der Fig. 9, welcher von einer Halteplatte 38 gehalten wird, sowie eine Sondeneinrichtung oder ein allgemein mit 30 bezeichnetes Probenrohr in einer Stellung zum Entnehmen der Probe (in Einsaugstellung). Die Sondeneinrichtung 30 weist einen spitzen Bereich 31 mit einem Berührungsrand 32 auf. Eine öffnung 33 in der Einsaugsonde ist zu der öffnung 34 ausgerichtet und die zwei öffnungen haben im wesentlichen den gleichen Durchmesser. Der Berührungsrand 32 weist eine gebogene Kante mit einem Krümmungsradius von ungefähr 0,2 mm auf. Der Krümmungsradius wird vorzugsweise so klein wie möglich gewählt, um die Ausbildung von Taschen in der Flüssigkeitsübertragungsleitung zu vermeiden, welche die Eintauchröhre

BAD ORIGINAL

BNSDOCID: <DE\_\_\_\_\_3244881A1\_i\_>

25

30

und die Einsaugsonde umfaßt. Jedoch wird ein gewisses Maß an Krümmung bevorzugt, um ein Eindringen der Berührungskante in den Überdeckungsteil zu vermeiden.

5 Die Sondeneinrichtung 30 wird gegen den Berührungsbereich 36 des Überdeckungsteils 37 durch in der Zeichnung nicht dargestellte Mittel gedrückt. Um den Berührungsdruck bei einer vorgegebenen, auf die Sondeneinrichtung ausgeübten Kraft möglichst groß zu machen, wird der Berührungsrand 10 so schmal wie möglich ausgebildet. Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung beträgt diese Kraft in der Größenordnung von 3 N. Es sollte auch erwähnt werden, daß bei der bevorzugten Ausführungsform der Erfindung die Sondeneinrichtung 30 aus rostfreiem Stahl und das Über-15 deckungsteil 37 aus Polyäthylen hergestellt ist. Jedoch liegt die Auswahl eines geeigneten Materials im normalen Können eines Fachmannes.

Fig. 12 zeigt eine Aufsicht auf eine Halteplatte 38 der 20 Fig. 11. Die Halteplatte 38 ist mit kreisförmigen Löchern ausgebildet, in welche Probenbecher 1 - 14 und ein Abfallbecher befestigt werden können. Die Halteplatte 38 ist eine mit drei nicht dargestellten Beinen und mit einer Auskerbung ausgebildete Metallplatte. Die Halte-25 platte 38 soll leicht in ein Drehteil, welches in den Fig. 13 und 14 gezeigt ist, eingeführt und aus diesen herausgenommen werden können. Ein Führungsmittel 54 (Fig. 13) zum Eingriff mit der Kerbe 39 ist an dem allgemein mit 55 bezeichneten Drehteil vorgesehen. Dadurch 30 wird die richtige Ausrichtung der Halteplatte 38 in bezug auf das Drehteil 54 sichergestellt.

Die Fig. 13 und 14 zeigen ein System, bei dem die Er-35 findung eingesetzt werden kann, wobei gleiche Bezugszeichen verwandt werden, um gleiche Teile in den beiden

BAD ORIGINAL

1 Figuren zu bezeichnen. Das in den Fig. 13 und 14 gezeigte System umfaßt eine allgemein mit 40 bezeichnete Probenzuführeinheit, welche über Leitungen 41 und 42 in Verbindung mit einem Analysegerät 43 steht, d.h. mit einem 5 Gerät zum Messen von jonisiertem Kalzium und pH in Körperfluiden (ein Gerät ICA1 hergestellt von Radiometer A/S, Kopenhagen). In fester Beziehung zu dem Rahmen 46 der Probenzuführeinheit 40 ist eine allgemein mit 56 bezeichnete Sondenhaltestruktur befestigt. Die Sondenhalte-10 struktur 56 umfaßt einen Sondenhaltearm 45, der mittels einer Feder 47 befestigt ist. Eine Sonde 44 wird von dem Sondenhaltearm gehalten. Die Feder 47 ermöglicht eine gewisse Verschiebung des Sondenhaltearms 45 in allen Richtungen. In Fig. 14 befindet sich die Sonde 44 in der 15 Ruhelage.

In der Einsaugstellung wird die Sonde 44 gegen das Überdeckungsteil 48 des Probenbechers 49 mittels einer magnetischen Kraft gedrückt, die durch einen elektrischen Strom 20 hervorgerufen wird, welcher in einem Solenoidteil 52 fließt. In der Öffnung des Teils 52 ist ein Anker 57 vorgesehen, der mit einem Element 51 verbunden ist, welches wiederum mit dem Sondenhaltearm 45 verbunden ist. Unter dem Einfluß des elektrischen Stromes wird der Anker 57 nach unten 25 bewegt, wobei die Bewegung des Ankers 57 zusammen mit der Wirkung der Feder zu einer Schwenkbewegung des Sondenhaltearmes 45 führt. Dadurch wird die Sondeneinrichtung 47 in die Einsaugstellung mittels einer ziemlich einfachen Konstruktion gebracht. 30 .

Der Betrieb der Probenzuführeinheit wird mittels einer Programmeinrichtung in dem Analysiergerät 43 gesteuert, wie z.B. durch einen Mikrorechner.

Die von dem System durchgeführten Arbeitsschritte werden unter besonderer Hervorhebung der Überführung der Proben von den Probenbechern zu dem Analysiergerät im folgenden unter Bezugnahme auf die Fig 13 und 14 beschrieben.

5

10

15

20

25

30

35

1

Eine Anzahl von zu analysierenden Proben wird in die Probenbecher eingebracht und die Überdeckungsteile werden befestigt. Die Probenbecher werden in einer Halteplatte 38 angeordnet, welche in das motorgetriebene Drehteil 55 der Probenzuführeinheit 40 eingesetzt wird, wobei die Ausrichtung der Halteplatte 38 durch die Kerbe 39 und die Führungseinrichtung 54 vorbestimmt ist, wie es vorhergehend angegeben wurde. Beim Einschalten des Systems rückt das Drehteil vor, so daß der Probenbecher 1 in'die Probenentnahmestellung unterhalb der Sondeneinrichtung 44 gelangt. Anschließend wird die auf den Sondenhaltearm 45 wirkende Magnetkraft hervorgerufen und die Sondeneinrichtung 44 wird in Berührung mit dem Überdeckungsteil 48 gebracht. Ein geringer Bruchteil der Probe (z.B. 50µl verglichen mit einem gesamten Probenvolumen von ungefähr 250 μl) wird aus dem Probenbecher herausgesaugt. Anschließend wird die magnetische Wirkung unterbrochen, wodurch der Sondenhaltearm 45 in seine Ausgangsstellung zurückkehrt. Nun wird der kleine Bruchteil der Probe in das Analysiergerät eingezogen, um die Einlaßleitungen zu spülen. Die magnetische Kraft an dem Sondenhaltearm 45 wird wicder erregt und ein größerer Teil der Probe wird angesaugt. Die Menge der angesaugten Probe wird mittels eines Probenfühlers gesteuert, wie es in der dänischen Patentveröffentlichung Nr. 229/80 offenbart ist. Der Probenfühler ist in dem Einlaßsystem an einer Stelle angeordnet, welche durch die Menge der in das Analysiergerät einzuführenden Probe bestimmt wird. Zu dem Zeitpunkt, zu dem das Fühlersignal den Übergang von Luft zur Probenflüssigkeit anzeigt, wird die magnetische Wirkung des Sondenhaltearmes erneut unterbrochen und der Arm kehrt in seine Ausgangsstellung

15° - 20·

zueück. Der angebaugte Probenanteil wird nun in dem Einlaßleitungssystem vorwärtsbewegt, bis der Probenfühler das Vorhandensein von Luft anzeigt. Bei der hier beschriebenen, besonderen Ausführungsform befindet sich die Probe nun in einem Teil des Einlaßleitungssystems, welches in Fig. 13 nicht dargestellt ist. Dieser Teil des Leitungssystems ist in einem allgemein mit 53 bezeichneten Behälter für den Ausgleich der Probe mit CO2-Gas untergetaucht, welches in die Probe durch die Silikongummiwand 10 der Leitung difundiert. Das so erhaltene Gleichgewicht ist von Bedeutung im Zusammenhang mit aerob behandelten Proben zum Bestimmen des ionisierten Kalziums, wobei in den Proben eine pH-Verschiebung stattgefunden haben kann, da eine Bolche pH Verschiebung das Ergebnis der Kalzium-15 messung beeinflußt. Das Gleichgewicht mit einem CO2-Gas  $(5,7\% \text{ CO}_2, \text{ Ausgleich mit atmosphärischer Luft}(v/v))$ führt zu einem pH-Wert von ungefähr 7,4 für die Probe, was der normale pH-Wert von Blut ist. Zu dem gleichen Zeitpunkt, zu dem die Probe mit CO2-Gas ausgeglichen wird, wird ein Spülprogramm in dem Analysegerät durchgeführt, wobei eine wässrige Spülflüssigkeit verwandt wird, die Natriumchloride und Kalziumchloride enthält. Nach Beendigung des Spülprogrammes wird die nun ausgeglichene Probe durch Saugwirkung in das Analysegerät durch den Teil des mit 25 42 bezeichneten Einlaßleitungssystems eingebracht. Nach Beendigung des Analysiervorganges werden die Meßergebnisse ausgedruckt, woraufhin das Drehteil 55 weitergedreht wird, so daß der Probenbecher Nr. 2 in die Probenentnahmestellung unterhalb der Sondeneinrichtung 44 gelangt. Nun wird ein 30 vollständiger Analysevorgang erneut durchgeführt, der mit dem Ansaugen eines kleinen Probenbruchteils beginnt.

Es sollte schließlich noch darauf hingewiesen werden, daß dann, wenn sich das Drehteil in der letzten Stellung mit dem Abfallbecher unterhalb der Sondeneinrichtung 44 befindet, ein Spülvorgang der Einlaßleitungen automatisch

durchgeführt wird, wobei Spülflüssigkeit von dem Analysegerät 43 durch das Einlaßleitungssystem (41,42 und die in dem Ausgleichsbehälter untergetauchten Teile ) und durch die Einrichtung 44 zu dem Abfallbecher gepumpt wird.

10

15

20

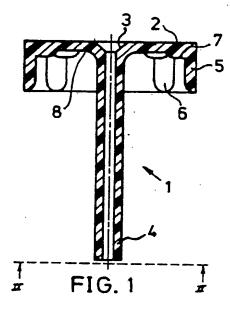
25

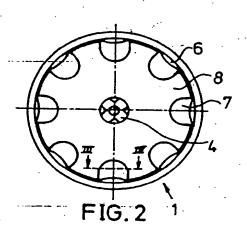
30

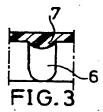
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

G 01 N 35/00

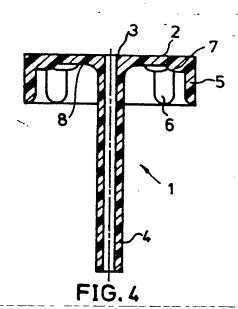
3. Dezember 1982 <sup>..</sup>16. Juni 1983







25



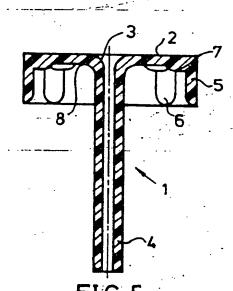


FIG.14

BAD ORIGINAL

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

### **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

□ BLACK BORDERS
□ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
□ FADED TEXT OR DRAWING
□ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
□ SKEWED/SLANTED IMAGES
□ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
□ GRAY SCALE DOCUMENTS
□ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
□ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

